

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-49848

(P2005-49848A)

(43) 公開日 平成17年2月24日(2005.2.24)

(51) Int. Cl.⁷

G02B 5/22

F1

G02B 5/22

テーマコード(略号)

2H048

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 14 頁)

(21) 出願番号	特願2004-203588 (P2004-203588)	(71) 出願人	000000044
(22) 出願日	平成16年7月9日(2004.7.9)		旭硝子株式会社
(31) 優先権主張番号	特願2003-275442 (P2003-275442)		東京都千代田区有楽町一丁目12番1号
(32) 優先日	平成15年7月16日(2003.7.16)	(74) 代理人	100106509
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		弁理士 堀井 澄雄
		(74) 代理人	100084908
			弁理士 岩野 正武
		(74) 代理人	100101465
			弁理士 青山 正和
		(74) 代理人	100094400
			弁理士 鈴木 三壽
		(74) 代理人	100106057
			弁理士 柳井 剛子

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 光学フィルム

(57) 【要約】

【課題】 耐湿性および光学特性に優れた光学フィルムの提供。

【解決手段】 下記一般式(1)【式中、 $R^1 \sim R^9$ は、それぞれ独立に水素原子、置換基を有してもよいアルキル基、置換基を有してもよいアルケニル基、置換基を有してもよいアリール基、または置換基を有してもよいアルキニル基を表し； X^- は、 (R, SO_2) 、 N^- または (R, SO_2) 、 C^- で表される陰イオンを表し、 R は炭素数1~4のフルオロアルキル基を表す】で表されるジイモニウム系色素を透明樹脂中に含有する近赤外線吸収層を有することを特徴とする光学フィルム。

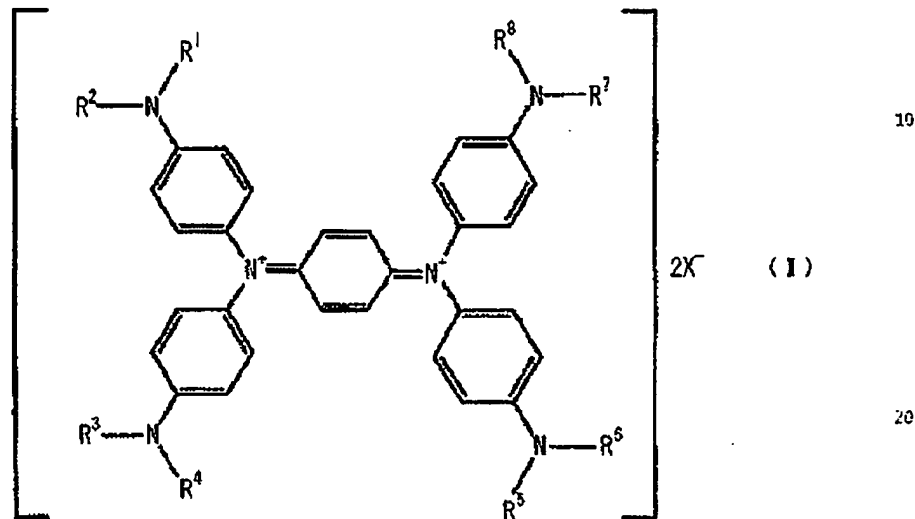
【化1】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記一般式 (I)

【化 1】



【式中、 $R^1 \sim R^8$ は、それぞれ独立に水素原子、置換基を有してもよいアルキル基、置換基を有してもよいアルケニル基、置換基を有してもよいアリール基、または置換基を有してもよいアルキニル基を表し； X^- は、 $(R, SO_2)^-$ 、 N^- または $(R, SO_2)^-$ 、 C^- で表される陰イオンを表し、 R_f は炭素数 1～4 のフルオロアルキル基を表す】
で表されるジイモニウム系色素を透明樹脂中に含有する近赤外線吸収層を有することを特徴とする光学フィルム。

30

【請求項 2】

前記フルオロアルキル基がパーフルオロアルキル基である請求項 1 記載の光学フィルム

【請求項 3】

前記透明樹脂中に、さらに、最大吸収波長 (λ_{max}) が 800～1100 nm の範囲にある、前記ジイモニウム系色素以外の近赤外線吸収色素を含有する請求項 1 または 2 記載の光学フィルム。

40

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、近赤外線を吸収する近赤外線吸収能を有する光学フィルム、特にプラズマディスプレイパネル（以下、PDP と略す。）の視認側に設置されて用いられる光学フィルムに好適に用いられる光学フィルムに関する。

【背景技術】

【0002】

PDP の原理は 2 枚の板状ガラスの間に封入した希ガス（ヘリウム、ネオン、アルゴン

50

、キセノン等)に電圧を加え、その時に生じる紫外線を発光体に当てることで可視光を発生させるというものである。

PDPからは、可視光と同時に、近赤外線、電磁波等の有害光も放射される。例えば近赤外線は、家庭用テレビ、クーラー、ビデオデッキ等の家電製品用の近赤外線リモコンを誤作動させたり、通信機器を誤作動させてPOS(販売時点情報管理)システム等のデータ転送時に悪影響を及ぼす。そのため、PDPの前面(視認側)には、近赤外線等の有害光を防止する光学フィルタの設置が必要となっている。

【0003】

これまで、光学フィルタとして、850～1100nmの近赤外線を遮断する光学フィルムを用いる方法が提案されている。

光学フィルムとしては、例えば、近赤外線を吸収する色素を透明樹脂に分散させ、これをポリエチレンテレフタレート(PET)製のフィルム上に形成したものがある。

近赤外線を吸収する色素としては、ポリメチン系、金属錯体系、スクアリウム系、シアニン系、インドアニリン系等の各種色素が報告されている。

【0004】

ジイモニウム系色素は、近赤外線を吸収する色素として代表的なものの1つであり、近赤外線フィルタ、断熱フィルム、サングラス等に広く使用されている。

しかし、ジイモニウム系色素は、光や熱、湿気等に弱く、劣化し易いという問題がある。このような色素の劣化は、近赤外線吸収能を低下させるだけでなく、変色を生じ、視認透過率が低下して、色目が緑みを帯びてくるなど、光学フィルムの光学特性を悪化させてしまう。

【0005】

これに対し、例えば特許文献1には、特定の構造を有するジイモニウム系色素を含有する近赤外線吸収フィルタが記載されている。また、特許文献2には、ジイモニウム系色素およびアンスラキノン系色素を透明樹脂に含有させた光学フィルムが記載されている。

【0006】

しかし、例えば特許文献1記載のジイモニウム系色素は、耐熱性は良好であるものの、耐湿性がよくない。また、特許文献2記載のジイモニウム系色素は、ある程度の耐湿性は有しているものの、充分でない場合がある。そのため、光学フィルムが変色し、光学特性が悪くなる。

【特許文献1】特開2003-96040号公報

【特許文献2】特開2003-75628号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明は、前記従来の技術が有する問題点に鑑みてなされたものであり、耐湿性および光学特性に優れた光学フィルムを提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者らは、鋭意検討の結果、ジイモニウム系色素中の陰イオンとして、特定の陰イオンを有するジイモニウム系色素を用いた光学フィルムにより上記課題が解決されることを見出し、本発明を完成させた。

すなわち、本発明は、一般式(1)

【0009】

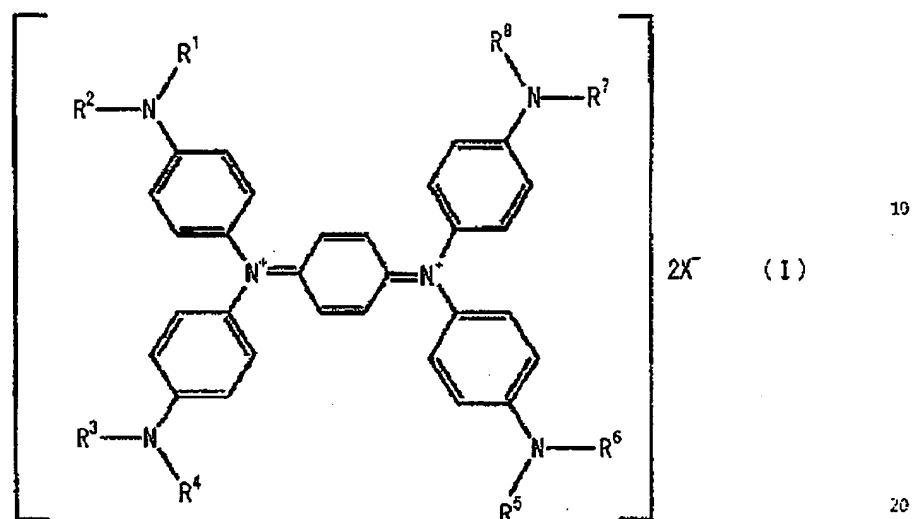
10

20

30

40

【化1】



【式中、 $R^1 \sim R^8$ は、それぞれ独立に水素原子、置換基を有してもよいアルキル基、置換基を有してもよいアルケニル基、置換基を有してもよいアリール基、または置換基を有してもよいアルキニル基を表し； X^- は、 $(R, SO_2)_2 N^-$ または $(R, SO_2)_2 C^-$ で表される陰イオンを表し、 R は炭素数1～4のフルオロアルキル基を表す】
 で表されるジイモニウム系色素を透明樹脂中に含有する近赤外線吸収層を有することを特徴とする光学フィルムを提供する。

【発明の効果】

【0010】

本発明により、耐湿性および光学特性に優れた光学フィルムが提供される。

【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明の光学フィルムは、透明樹脂中に、上記一般式 (I) で表されるジイモニウム系色素（以下、ジイモニウム系色素 (I) ということがある。）を含有する近赤外線吸収層を有することを特徴とするものである。

【0012】

<ジイモニウム系色素 (I)>

ジイモニウム系色素 (I) は、塩化合物であり、該塩化合物を構成する陰イオンが特定の陰イオン (X^-) であることを特徴とする。

【0013】

式 (I) 中、 X^- は、 $(R, SO_2)_2 N^-$ または $(R, SO_2)_2 C^-$ で表される陰イオンを表す。合成の容易さから、 X^- は $(R, SO_2)_2 N^-$ であることが好ましい。

ここで、 R は、炭素数1～4のフルオロアルキル基であり、炭素数1～2のフルオロアルキル基であることが好ましく、炭素数1のフルオロアルキル基であることが最も好ましい。炭素数以上記範囲内であると、耐熱性、耐湿性などの耐久性、および後述する有機溶剤への溶解性が良好である点で好ましい。このような R としては、例えば $-CF_3$ 、

$-C_2F_5$ 、 $-C_3F_7$ 、 $-C_4F_9$ 等のパーフルオロアルキル基、 $-C_2F_4H$ 、 $-C_3F_5H$ 、 $-C_4F_7H$ 等が挙げられる。

特に、前記フルオロアルキル基がパーフルオロアルキル基であると、耐湿性に最も優れるため、好ましい。さらに、トリフルオロメチル基であることが最も好ましい。

【0014】

陰イオンとして上記陰イオン (X^-) を有するジイモニウム系色素 (I) を用いることにより耐湿性が向上する理由は、必ずしも明らかではない。従来、ジイモニウム系色素の陰イオンとしては、主に、 SbF_6^- 、 PF_6^- 、 BF_4^- 、 ClO_4^- 等の無機陰イオンが用いられているが、これらの無機陰イオンは水の影響を受けやすく、ジイモニウム系色素の安定性が悪い。これに対し、本発明で用いられる陰イオン (X^-) は、 R_1SO_2 基の電子吸引性が高いことが作用して、ジイモニウム系色素 (I) が安定的に存在できるためと推測される。

【0015】

また、式 (I) 中、 $R^1 \sim R^8$ において、アルキル基としては、例えば、メチル基、エチル基、 n -プロピル基、イソプロピル基、 n -ブチル基、第二ブチル基、イソブチル基、第三ブチル基、 n -ペンチル基、第三ペンチル基、 n -ヘキシル基、 n -オクチル基、又は第三オクチル基等が挙げられる。該アルキル基はアルコキシカルボニル基、ヒドロキシシル基、スルホ基、又はカルボキシシル基等の置換基を有してもよい。

アルケニル基としては、例えば、ビニル基、プロペニル基、ブテニル基、ペンテニル基、ヘキセニル基、ヘプテニル基、又はオクテニル基等を示す。該アルケニル基は、ヒドロキシシル基、カルボキシシル基等の置換基を有してもよい。

アリール基としては、例えば、ベンジル基、 p -クロロベンジル基、 p -メチルベンジル基、 2 -フェニルメチル基、 2 -フェニルプロピル基、 3 -フェニルプロピル基、 α -ナフチルメチル基、又は β -ナフチルエチル基等を示す。該アリール基は、ヒドロキシシル基、カルボキシシル基等の置換基を有してもよい。

アルキニル基としては、例えば、プロピニル基、ブチニル基、 2 -クロロブチニル基、ペンチニル基、又はヘキシニル基等を示す。該アルキニル基は、ヒドロキシシル基、カルボキシシル基等の置換基を有してもよい。

【0016】

これらの中でも、炭素数4~6の直鎖状または分岐状のアルキル基が好ましい。炭素数4以上とすることにより、有機溶媒に対する溶解性が良好になり、炭素数6以下とすることにより耐熱性が向上する。耐熱性が向上する理由としては、当該ジイモニウム系色素 (I) の融点が高くなるためと推測される。

【0017】

ジイモニウム系色素 (I) は、特に、下記の測定方法により測定される1000 nm付近のモル吸光係数 ϵ_m が約 $0.8 \times 10^4 \sim 1.0 \times 10^6$ であることが好ましい。

(モル吸光係数 (ϵ_m) の測定方法)

当該ジイモニウム系色素を、試料濃度が20 mg/Lとなるようにクロロホルムで希釈し、試料溶液を作製する。この試料溶液の吸収スペクトルを、分光光度計を用いて、300~1300 nmの範囲で測定し、その最大吸収波長 (λ_{max}) を読み取り、該最大吸収波長 (λ_{max}) におけるモル吸光係数 (ϵ_m) を下記式から算出する。

$$\epsilon = -\log(I/I_0)$$

(ϵ : 吸光係数、 I_0 : 入射前の光強度、 I : 入射後の光強度)

$$\epsilon_m = \epsilon / (c \cdot d)$$

(ϵ_m : 吸光係数、 c : 試料濃度 (mol/L)、 d : セル長)

【0018】

さらに、光学フィルムの加工時の劣化を抑制し、光学フィルムとした後の実用的な耐久性を付与するために、98%以上の純度を有するジイモニウム系色素 (I)、又は210℃以上の融点を有するジイモニウム系色素 (I) を使用することが好ましい。特に、98%以上の純度を有し、かつ210℃以上の融点を有するジイモニウム系色素 (I) を使用

することが好ましい。

【0019】

本発明の光学フィルム中におけるジイモニウム系色素(I)の配合量は、ジイモニウム系色素(I)と、後述する、ジイモニウム系色素(I)以外の近赤外線吸収色素とを合わせて、透明樹脂に対して、0.1~20.0質量%の範囲にすることが好ましい。0.1質量%以上とすることで十分な近赤外線吸収能が得られ、20.0%質量以下とすることで、色素間の相互作用が抑えられ、色素の安定性が良好となる。これらの観点から、特に1.0~15.0質量%の範囲にすることが好ましい。

【0020】

<他の任意成分>

本発明においては、近赤外線吸収層を構成する透明樹脂中に、さらに、本発明の効果を損なわない範囲で、上述したジイモニウム系色素(I)以外の、最大吸収波長が800~1100nmの範囲にある近赤外線吸収色素を一種類以上配合してもよい。

このような近赤外線吸収色素としては、無機系顔料、有機系顔料、有機系染料等の一般的なものが使用できる。

【0021】

無機系顔料としては、例えば、コバルト系色素、鉄系色素、クロム系色素、ナタン系色素、バナジウム系色素、ジルコニウム系色素、モリブデン系色素、ルテニウム系色素、白金系色素、ITO系色素、ATO系色素等が挙げられる。

有機系顔料及び有機系染料としては、例えば、ジイモニウム系色素(I)以外のジイモニウム系色素、アンスラキノロン系色素、アミニウム系色素、シアニン系色素、メロシアン系色素、クロコニウム系色素、スクアリウム系色素、アズレニウム系色素、ポリメチレン系色素、ナフトキノロン系色素、ビリリウム系色素、フタロシアニン系色素、ナフトロシアニン系色素、ナフトラクトラム系色素、アゾ系色素、縮合アゾ系色素、インジゴ系色素、ペリノン系色素、ペリレン系色素、ジオキサジン系色素、キナクリドン系色素、イソインドリノン系色素、キノフタロン系色素、ピロール系色素、チオインジゴ系色素、金属錯体系色素、ジナオール系金属錯体系色素、インドールフェノール系色素、又はトリアルルメタン系色素等が挙げられる。

【0022】

これらの中でも、金属錯体系色素、フタロシアニン系色素、ナフトロシアニン系色素、ピロール系色素、アンスラキノロン系色素等の非会合性の色素を配合することが好ましい。

特に、850nm付近に最大吸収波長(λ_{max})を有する色素を配合すると、ジイモニウム系色素(I)の最大吸収波長(λ_{max})が1000nmに付近にあることから、幅広い領域の近赤外線を効率よく吸収でき、全色素量(ジイモニウム系色素(I)およびそれ以外の近赤外線吸収色素の合計量)を少なくできる。そのため、コストが低減できる、色素の劣化が生じにくくなる、近赤外線吸収層を形成する際に色素を有機溶媒に充分溶解させることができる等の利点がある。

【0023】

また、上述したジイモニウム系色素(I)以外の近赤外線吸収色素として、陰イオンを含む塩化合物または金属錯体塩を配合する場合は、その塩化合物又は金属錯体塩は、前記ジイモニウム系色素(I)中の陰イオン(X^-)と同じ陰イオンを有することが好ましい。同じ陰イオンであれば、ジイモニウム系色素の陰イオンとの塩交換反応が起こった場合でも該ジイモニウム系色素(I)が変化せず、耐湿性、耐熱性、近赤外線吸収能等が変化することがない。

【0024】

ジイモニウム系色素(I)以外の近赤外線吸収色素の配合量は、前記ジイモニウム系色素(I)と合わせた全色素量の5~50質量%の範囲にすることが好ましい。5質量%以上とすることで、全色素量を十分に低減でき、50%質量以下とすることで、上記ジイモニウム系色素(I)による効果が充分なものとなる。

【0025】

10

20

30

40

50

また、本発明の光学フィルムの近赤外線吸収層には、最大吸収波長が300～800 nmの範囲にある色調補正色素、レベリング剤、帯電防止剤、熱安定剤、酸化防止剤、分散剤、難燃剤、滑剤、可塑剤、又は紫外線吸収剤等が含有されていてもよい。

【0026】

<透明樹脂>

本発明において、透明樹脂は、実用的な耐久性を維持できること、成形性が容易であることと、成形時の色素の劣化が抑制されることなどから、ガラス転移温度が80～180℃の範囲にあることが好ましく、特に120～180℃の範囲であることが好ましい。

好ましい透明樹脂としては、ポリエステル系樹脂、ポリアクリル系樹脂、ポリオレフィン系樹脂、ポリシクロオレフィン系樹脂、ポリカーボネート系樹脂等の熱可塑性樹脂を挙げることができる。この樹脂は、例えば、鐘紡社製、商品名「O-PET」のポリエステル系樹脂、JSR社製、商品名「ARTON」のポリオレフィン系樹脂、日本ゼオン社製、商品名「ゼオネックス」のポリシクロオレフィン系樹脂、三菱エンジニアリングプラスチック社製、商品名「ユービロン」のポリカーボネート系樹脂、日本触媒社製、商品名「ハルスハイブリッドIR-G204」などのポリアクリル系樹脂などの市販品を用いることができる。

【0027】

<近赤外線吸収層>

近赤外線吸収層は、上述したジイモニウム系色素(I)および任意の成分と透明樹脂とを有機溶剤に溶解させ、得られた塗工液を基材上に塗工し、乾燥させることにより形成できる。

【0028】

ジイモニウム系色素(I)および任意の成分と透明樹脂とを溶解するための有機溶剤としては、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール、ジアセトンアルコール、エチルセロソルブ、メチルセロソルブ等のアルコール類、アセトン、メチルエチルケトン、シクロペンタノン、シクロヘキサノン等のケトン類、N、N-ジメチルホルムアミド、N、N-ジメチルアセトアミド等のアミド類、ジメチルスルホキシド等のスルホキシド類、テトラヒドロフラン、ジオキサン、エチレングリコールモノメチルエーテル等のエーテル類、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸ブチル等のエステル類、クロロホルム、塩化メチレン、ジクロロエチレン、四塩化炭素、トリクロロエチレン等の脂肪族ハロゲン化炭化水素類、ベンゼン、トルエン、キシレン、モノクロルベンゼン、ジクロルベンゼン等の芳香族類又はn-ヘキサン、シクロヘキサノリグロイン等の脂肪族炭化水素類、テトラフルオロプロピルアルコールやペンタフルオロプロピルアルコール等のフッ素系溶剤等を用いることができる。

【0029】

塗工液の塗工は、浸漬コーティング法、スプレーコーティング法、スピンナーコーティング法、ビードコーティング法、ワイヤーバーコーティング法、ブレードコーティング法、ローラーコーティング法、カーテンコーティング法、スリットダイコーター法、グラビアコーター法、スリットリバーコーター法、マイクログラビア法、又はコンマコーター法等のコーティング法を用いて行うことができる。

【0030】

近赤外線吸収層の厚みは、0.3～50.0 μmの範囲にすることが好ましい。0.3 μm以上とすることで、近赤外線吸収能を十分に発揮することができ、50 μm以下とすることで成形時の有機溶媒の残留を低減することができる。これらの観点から、特に0.5～20.0 μmの範囲にすることが好ましい。

【0031】

本発明の光学フィルムは、上述した近赤外線吸収層を有するものである。

一般的に、光学フィルムは、PDP等の表示装置の視認側に配置されるため、無彩色が好まれる。したがって、JIS Z 8701-1999に従い計算されたC光源基準において、無彩色に対応する色度座標は、(x, y) = (0.310, 0.316)であること

から、本発明の光学フィルムは、色素の種類及び含有量を適宜選定し、 $(x, y) = (0.310 \pm 0.100, 0.316 \pm 0.100)$ にすることが好ましい。

また、視感平均透過率を45%以上にすることが好ましい。

特に、上記色度座標 (x, y) の規定と視感平均透過率の規定を同時に満たすことが好ましい。

【0032】

本発明の光学フィルムは、近赤外線吸収層以外の、任意の機能性層を1層以上有していてもよい。機能性層としては、例えば、紫外線による色素の劣化を防ぎ耐光性を改善するための紫外線吸収層、画像の視認性を向上させるための反射防止層、PDPなどの表示装置から発せられる電磁波をカットするための電磁波遮蔽層、耐擦傷性機能を与えるハードコート層もしくは自己修復性を有する層、又は最表面の汚れを防止するための防汚層、それぞれの層を積層させるための粘着もしくは接着層等を挙げることができる。

【0033】

本発明の、光学フィルムは、剥離性の基材上に形成した後剥離すること等により製造された近赤外線吸収層自体であってもよく、透明な支持フィルム（以下、支持フィルムと記す。）上に近赤外線吸収層を形成し、該支持フィルムと一体化されたものであってもよい。

【0034】

剥離性の基材は、フィルム状又は板状のものであればよく、特に材料に限定はない。剥離性を良好にするために、該基材表面にシリコンや低表面張力の樹脂などを用いて離型処理をすることが好ましい。

【0035】

支持フィルムの材料は、例えば、ポリエチレンテレフタレート（PET）、ポリブチレンテレフタレート（PBT）等のポリエステル類、ポリエチレン、ポリプロピレン等のポリオレフィン類、ポリアクリレート類、ポリメチルメタクリレート（PMMA）等のポリアクリレート類、ポリカーボネート（PC）類、ポリスチレン類、トリアセテート、ポリビニルアルコール、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、エチレン-酢酸ビニル共重合体、ポリビニルブチラール、ポリウレタン類、セロファン等の材料の中から適宜選択して使用することができ、好ましくはPET、PC、PMMAが挙げられる。

【0036】

支持フィルムの厚みは、10～500 μm の範囲において作業性が良好で、ヘイズ値が低く抑えられるという面から好ましい。また、支持フィルム上に光学フィルムを形成する前に、該支持フィルムの表面にコロナ処理や易接着処理を施すことが好ましい。

【0037】

本発明の光学フィルムは、剥離性の基材から剥離されたものであっても、又は支持フィルムと一体化されたものであっても、粘着剤層を設けて高い剛性を有する透明基板（以下、透明基板と記す。）に容易に貼着することができる。

透明基板の材料としては、ガラス、透明で高剛性の高分子材料から適宜選択して使用することができるが、好ましくはガラス、強化もしくは半強化ガラス、ポリカーボネート、又はポリアクリレートなどが挙げられる。光学フィルムが透明基板に貼着されたものを光学フィルタとして使用すると、PDPなどの表示装置の保護板としての機能も発揮できる。

【0038】

粘着剤層の粘着剤としては、市販されている粘着剤を使用することができるが、好ましい具体例としては、アクリル酸エステル共重合体、ポリ塩化ビニル、エポキシ樹脂、ポリウレタン、酢酸ビニル共重合体、スチレン-アクリル共重合体、ポリエステル、ポリアミド、ポリオレフィン、スチレン-ブタジエン共重合体系ゴム、ブチルゴム、又はシリコン樹脂等の粘着剤を挙げることができる。さらに、粘着剤層を積層する場合には、その粘着面にシリコンが塗布されたPET等の離型フィルムを貼付しておくことが、作業性の点で好ましい。

粘着剤を用いる場合、この粘着剤に紫外線吸収剤などの種々の機能を有する添加剤を添加してもよい。

【0039】

本発明の光学フィルム、又は該光学フィルムを透明基板上に貼着したものは、PDP、プラズマアドレスリキッドクリスタル（PALC）ディスプレイパネル、フィールドエミッションディスプレイ（FED）パネルなどの平面型表示装置及び陰極管表示装置（CRT）などの表示装置用の光学フィルタとして用いることができる。

この場合、光学フィルムは、表示装置の視認側に設置すればよく、表示装置から離して設置してもよいし、表示装置表面に直接貼り付けてもよい。

【0040】

本発明の光学フィルムは、耐湿性に優れたものである。また、耐熱性にも優れ、高い近赤外線吸収能を有している。

本発明の光学フィルムは、特に近赤外線が発生するPDPなどの光学フィルタに好適に用いることができる。

【実施例】

【0041】

以下に、実施例を示して本発明をより詳細に説明する。本発明は、これらの例によって何ら制限されるものではない。例1～例6は実施例であり、例7～例11は比較例である。

【0042】

なお、下記例1～11において使用した近赤外線吸収性色素の λ_{max} と ϵ_m を、下記手順で測定した。

近赤外線吸収性色素を、試料濃度が20mg/Lとなるようにクロロホルムで希釈し、試料溶液を作製した。この試料溶液の吸収スペクトルを、島津製作所製UV-3100を用いて、300～1300nmの範囲で測定し、その最大吸収波長（ λ_{max} ）を読み取り、該最大吸収波長（ λ_{max} ）におけるモル吸光係数（ ϵ_m ）を下記式から算出した。

$$\epsilon = -\log(I/I_0)$$

（ ϵ ：吸光係数、 I_0 ：入射前の光強度、 I ：入射後の光強度）

$$\epsilon_m = \epsilon / (c \cdot d)$$

（ ϵ_m ：吸光係数、 c ：試料濃度（mol/L）、 d ：セル長）

【0043】

（例1）

ガラス転移温度が140℃の透明ポリエステル樹脂（鐘紡社製、商品名「O-PET」）をシクロペンタノン／トルエン（6／4容量比）混合溶媒に15質量％になるように溶解して、主剤溶液を得た。この主剤溶液の樹脂分に対して、ジイモニウム系色素（N，N，N'，N'-テトラキス（p-ジブチルアミノフェニル）-p-フェニレンジアミン-ビス（ビス（トリフルオロメタンスルホニル）イミド酸）イモニウム塩：日本カーリット社製、商品名「CIR-1085」、 λ_{max} ：1073nm、 ϵ_m ：1.0×10⁶）14.0質量％を主剤溶液に添加し、これらを溶解させた塗工液を得た。この塗工液をマイクログラビアにて、厚み100μmのポリエチレンテレフタレートフィルム（東洋紡績社製、商品名「A4100」）上に乾燥塗膜の厚みが4μmとなるようにコーティングし、120℃で5分間乾燥させて、ポリエチレンテレフタレートフィルム上に近赤外線吸収層を有する光学フィルムを得た。

【0044】

（例2）

例1で使用したジイモニウム系色素に代えて、N，N，N'，N'-テトラキス（p-ジヘキシルアミノフェニル）-p-フェニレンジアミン-ビス（ビス（トリフルオロメタンスルホニル）イミド酸）イモニウム塩（日本カーリット社製、商品名「CIR-1105」、 λ_{max} ：1059nm、 ϵ_m ：9.8×10⁴）を用いた以外は、例1と同様にして光学フィルムを得た。

【0045】

(例3)

例1で使用した色素14.0質量%を6.7質量%に代え、さらにフタロシアニン系色素(日本触媒社製、商品名「IR-14」、 λ_{max} :890nm)2.0質量%、フタロシアニン系色素(日本触媒社製、商品名「IR-12」、 λ_{max} :833nm)1.4質量%を添加した以外は、例1と同様にして光学フィルムを得た。

【0046】

(例4)

例1で使用した主剤溶液を、メチルエチルケトン(MEK)を用いて15質量%にしたアクリル樹脂(日本触媒社製、商品名「ハルスハイブリッドIR-G204」;樹脂のガラス転移温度=89℃)溶液に代えた以外は、例1と同様にして光学フィルムを得た。

【0047】

(例5)

例3で使用した主剤溶液を、MEKを用いて15質量%にしたアクリル樹脂(日本触媒社製、商品名「ハルスハイブリッドIR-G204」)溶液に代えた以外は、例3と同様にして光学フィルムを得た。

【0048】

(例6)

例3で使用したポリエチレンテレフタレートフィルムを、反射防止フィルム(旭硝子社製、商品名「アークトップURP2199」)に代え、反射防止層とは反対の面に例3で作製した近赤外線吸収層を形成させて光学フィルムを得た。

【0049】

(例7)

例1で使用した色素を、ジイモニウム系色素(N, N, N', N'-テトラキス(p-ジブチルアミノフェニル)-p-フェニレンジアミン-過塩素酸イモニウム塩);日本カーリット社製、商品名「CIR-1080」、 λ_{max} :1070nm, ϵ_m :8.8 $\times 10^4$)に代えた以外は、例1と同様にして光学フィルムを得た。

【0050】

(例8)

例1で使用した色素を、ジイモニウム系色素(N, N, N', N'-テトラキス(p-ジブチルアミノフェニル)-p-フェニレンジアミン-ヘキサフルオロアンチモン酸イモニウム塩);日本化薬社製、商品名「IRG-022」、 λ_{max} :1090nm, ϵ_m :1.1 $\times 10^5$)に代えた以外は、例1と同様にして光学フィルムを得た。

【0051】

(例9)

例1で使用した色素を、ジイモニウム系色素(N, N, N', N'-テトラキス(p-ジブチルアミノフェニル)-p-フェニレンジアミン-トリフルオロメタンスルホン酸イモニウム塩);ナガセケミテックス社製、商品名「NIR-IMFS」、 λ_{max} :1077nm, ϵ_m :9.3 $\times 10^4$)に代えた以外は、例1と同様にして光学フィルムを得た。

【0052】

(例10)

例1で使用した色素を、ジイモニウム系色素(N, N, N', N'-テトラキス(p-ジブチルアミノフェニル)-p-フェニレンジアミン-P-トルエンスルホン酸イモニウム塩);ナガセケミテックス社製、商品名「NIR-IMPTS」、 λ_{max} :1077nm, ϵ_m :8.2 $\times 10^4$)に代えた以外は、例1と同様にして光学フィルムを得た。

【0053】

(例11)

例7で使用した色素の添加量を30質量%に代えた以外は、例7と同様にして光学フィルムを得た。

【0054】

試験例1

例1～11で得た光学フィルムの光学特性（視感平均透過率、色度、近赤外線透過率）、および耐久性（耐熱性、耐湿性）を下記方法で評価した。その結果を表1に示す。

なお、表1に、例1～11で使用したジイモニウム系色素の陰イオン（ X^- ）、及び側鎖R（一般式（I）の陽イオンにおける $R^1 \sim R^4$ に相当）の炭素数を併記する。

【0055】

（光学特性）

分光光度計（島津製作所社製、UV-3100）を用い、各試料から切り出した20×20mm角の試験片のスペクトルを380～1300nmの範囲で測定した。

JIS Z 8701-1999に従い、可視領域（380～780nm）における加重平均透過率（視感平均透過率 T_v ）、色度座標（ x 、 y ）を算出した。

また、近赤外領域（850nm、900nm、950nm、1000nm）の透過率を測定し、室内の空気の透過率を比較対照として、近赤外線透過率を求めた。各波長における近赤外線透過率をそれぞれ T_{850} 、 T_{900} 、 T_{950} 、 T_{1000} とした。

【0056】

（耐熱性）

定温恒温器（東京理化器械社製）を用い、温度80℃に設定し、500時間試験後の各試料の T_v 、 x 、 y の各測定値について、試験前の測定値と比較した。試験前後の変化量がすべて3%未満であるものを○、いずれか一つでも3%以上～5%未満のものがある場合は△、いずれか一つでも5%以上のものがある場合を×とした。

【0057】

（耐湿性）

恒温恒湿試験器（東京理化器械社製、KCH-1000）を用い、温度60℃、湿度95%RHに設定し、500時間試験後の各試料の T_v 、 x 、 y の各測定値について、試験前の測定値と比較した。試験前後の変化量がすべて3%未満であるものを○、いずれか一つでも3%以上～5%未満のものがある場合は△、いずれか一つでも5%以上のものがある場合を×とした。

【0058】

【表1】

	光学特性							耐熱性	耐湿性	ジイモニウム系色素	
	可視領域	色度座標		近赤外領域						X ⁻	R
		Tv	x	y	T850	T900	T950				
例1	73.4	0.324	0.334	13.7	3.1	0.7	0.4	○	○	(CF ₃ SO ₂) ₂ N ⁻	C4
例2	75.1	0.324	0.336	13.5	3.0	1.0	0.5	○	○	(CF ₃ SO ₂) ₂ N ⁻	C6
例3	70.0	0.315	0.323	11.8	9.0	6.0	5.4	○	○	(CF ₃ SO ₂) ₂ N ⁻	C4
例4	74.0	0.324	0.332	13.1	3.5	0.5	0.4	○	○	(CF ₃ SO ₂) ₂ N ⁻	C4
例5	70.5	0.314	0.322	10.2	8.5	6.0	5.2	○	○	(CF ₃ SO ₂) ₂ N ⁻	C4
例6	73.9	0.316	0.324	12.1	9.3	6.1	5.5	○	○	(CF ₃ SO ₂) ₂ N ⁻	C4
例7	75.5	0.324	0.335	29.0	7.9	5.8	4.8	△	×	ClO ₄ ⁻	C4
例8	72.9	0.322	0.332	13.3	3.2	1.3	0.4	○	×	SbF ₆ ⁻	C4
例9	77.3	0.321	0.331	20.5	7.4	4.4	4.8	×	×	CF ₃ SO ₄ ⁻	C4
例10	91.4	0.312	0.320	89.9	89.3	89.5	89.2	×	×	CH ₃ CO ₂ HSO ₃ ⁻	C4
例11	61.0	0.336	0.347	14.6	3.8	1.4	0.9	×	×	ClO ₄ ⁻	C4

【0059】

表1に示すように、例1～6の光学フィルム（実施例）は、いずれも、光学特性が良好で、耐熱性、耐湿性ともに良好であった。なかでも、ジイモニウム系色素以外の色素も配合した例3の光学フィルムは、全色素量が少ないにもかかわらず、優れた光学特性を示した。

これに対し、陰イオンとしてClO₄⁻を用いた例7、陰イオンとしてSbF₆⁻を用いた例8、陰イオンとしてCF₃SO₃⁻を用いた例9、陰イオンとしてCH₃CO₂H₃ 50

SO₂-を用いた例10の光学フィルムは、耐湿性が悪く、特に例9、例10は耐熱性も悪かった。

また、例10の光学フィルムは、近赤外線吸収能がかなり悪かった。これは、例10で用いたジイモニウム系色素が、近赤外線吸収層中での安定性が非常に低く、層中で急速に壊れてしまったためと考えられる。

また、例7で用いたジイモニウム系色素の添加量を増量した例11の光学フィルムは、Tvが低く、色度座標も、理想的な値((x, y) = (0.310, 0.316))から大きくはずれていた。また、耐熱性、耐湿性ともに悪かった。

フロントページの続き

(72)発明者 宮古 強臣

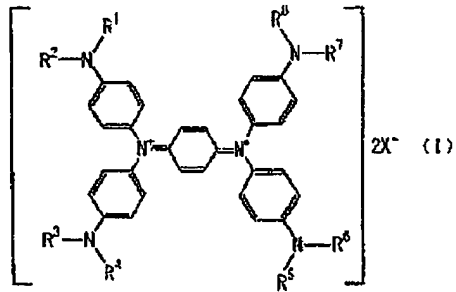
千葉県市原市五井海岸10番地 旭硝子株式会社内

(72)発明者 森脇 健

千葉県市原市五井海岸10番地 旭硝子株式会社内

Fターム(参考) 2H048 CA04 CA12 CA19 CA26

【要約の続き】



【選択図】 なし